



بررسی سنتز ذرات نانوساختار سیلیکات روی (Zn_2SiO_4) با فرآیند سل-ژل

داود بارانی، رسول صراف ماموری* و مهرداد کوکبی

تهران - دانشگاه تربیت مدرس - گروه مهندسی مواد، دانشکده فنی و مهندسی

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۸۸/۰۶/۲۹، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۸۸/۰۹/۱۲، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۸۸/۱۱/۰۸

چکیده

در این تحقیق ذرات نانوساختار سیلیکات روی با فرآیند سل-ژل از پیش‌ماده‌های تترا اتیل اکسی سیلان و نیترات روی سنتز شدند. با آنالیزهای DTA از ژل و XRD از ژل کلسینه شده تغییرات ساختاری در دماهای مختلف بررسی شدند. نتایج XRD تشکیل ساختارهای آمورف و تشکیل فاز کریستالی Zn_2SiO_4 را با افزایش دمای کلسیناسیون نشان دادند. با توجه به الگوی XRD از نمونه‌های کلسینه شده در دماهای ۸۰۰ و ۹۰۰ درجه سانتیگراد و روش شرربه ترتیب اندازه دانه‌ها ۱۳ و ۲۷ نانومتر به دست آمد. همچنین آنتالیز حرارتی مواد اولیه در دماهای کم پیک‌های گرمایی تبخیر حلal و تجزیه فارهای آلی و در دمای بالا پیک گرمایی تشکیل فاز Zn_2SiO_4 را نشان داد. علاوه بر این تصاویر SEM نشان دادند که تفاوت بین اندازه ذرات فاز آمورف و فاز کریستالی ناچیز است و محدوده آن بین ۵۰ تا ۴۰۰ نانومتر می‌باشد. همچنین آزمون اسپکتروسکوپی UV نیز برای بررسی خواص فوتولومینیسنسی نتایج قبل قبول نشان داد.

واژه‌های کلیدی: ذرات نانوساختار Zn_2SiO_4 , تترا اتیل اکسی سیلان، نیترات روی، فرآیند سل-ژل، فوتولومینیسنس.

سال‌های اخیر توجه زیادی به ساخت انواع ترکیبات سرامیکی با اندازه ذرات زیر ۱۰۰ نانومتر انجام گرفته است که این امر به دلیل تفاوت چشمگیر خواص مواد بالک با مواد نانوساختار می‌باشد. از میان مواد سرامیکی، اکسیدها توجه زیادی را به خود اختصاص داده‌اند، اما مطالعات بر روی خواص و روش‌های تولید مواد دیگری از جمله نانوذرات سیلیکاتی کمتر انجام شده است [۱]. ترکیب سیلیکاتی Zn_2SiO_4 دارای خواص فوتولومینیسانس و الکترولومینیسانس می‌باشد و به دلیل بازده لومینیسانس

۱- مقدمه

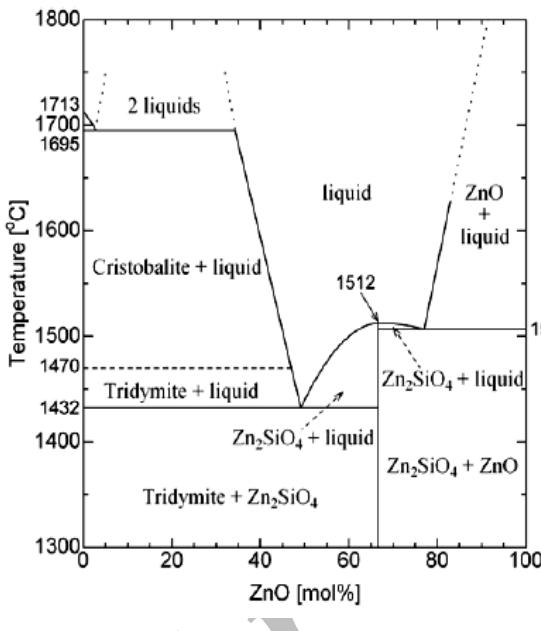
سرامیک‌های مهندسی کاربردهای متنوعی در صنایع مختلف از جمله صنایع الکترونیک، هواپما، صنایع شیمیایی و دیرگذار دارند. خواص ویژه این مواد شامل خواص اپتیکی، الکتریکی، مغناطیسی و شیمیایی، پایداری حرارتی و غیره باعث استفاده وسیع آن‌ها در این صنایع شده است. این خواص بسته به روش تولید این مواد و مورفولوژی و اندازه ذرات آن‌ها متفاوت می‌باشد. در

* عهده‌دار مکاتبات: رسول صراف ماموری

نشانی: تهران، دانشگاه تربیت مدرس، دانشکده فنی، گروه مهندسی مواد

تلفن: ۰۲۱-۴۴۷۴۳۲۱، ۰۲۱-۴۴۷۴۳۱۹، دورنگار: rsarrfm@modares.ac.ir، پست الکترونیکی: www.SID.ir

چند مزیت ویژه از جمله خلوص بالا، همگن بودن و دمای پایین کلسینه کردن را دارد. در سال‌های اخیر تلاش‌هایی برای ساخت این ماده و دوپ کردن فلزات واسطه با روش سل-ژل و با استفاده از پیش‌ماده‌های مختلف انجام شده است. در شکل ۱ دیاگرام دوتائی ZnO - SiO_2 آورده شده است. همانطور که دیاگرام نشان می‌شود برای بهدست آوردن سیلیکات‌روی نسبت ۲ به ۱ از ZnO و SiO_2 نیاز است [۳]. همچنین این ترکیب نقطه ذوب حدود ۱۵۱۲ درجه سانتیگراد دارد و دمای ذوب آن از مواد تشکیل دهنده ZnO و SiO_2 کمتر است. علاوه بر این تنها فاز Zn_2SiO_4 می‌تواند در دمای محیط در سیستم دوتائی ZnO - SiO_2 باشد.



برای بهدست آوردن این ترکیب در روش سل-ژل با مخلوط‌سازی مواد اولیه مرحله میانی تشکیل $Zn_4(OH)_2Si_2O_7 \cdot H_2O$ را خواهیم داشت. پس از آن با تبخیر آب در سیستم سه‌تائی ZnO - SiO_2 - H_2O (شکل ۲) تشکیل Zn_2SiO_4 را خواهیم داشت. هدف از کار حاضر، به دست آوردن ترکیب سیلیکاتی Zn_2SiO_4 از مواد اولیه نیترات روی و تترا اتیل اکسی سیلان است. همچنین استحالت‌های انجام شده و دمای این استحالت‌ها در حین کلسینه کردن ژل بررسی می‌شوند.

بالا به عنوان میزبان در لامپ‌های اشعه کاتدی همچنین در ابزارهای الکترولومینسانس استفاده می‌شود [۲]. روش‌های زیادی برای سنتز ترکیب سیلیکات‌روی دوپ شده یا دوپ نشده وجود دارد. این ماده به صورت سنتز بهوسیله واکنش حالت جامد خردایش و سپس حرارت دادن در دمای بالا انجام می‌شود. علاوه بر روش‌های حالت جامد [۶-۳]، روش‌های در حالت بخار نیز برای سنتز آن مشاهده شده است [۳]. یکی از کاربردهای پودر حاصل به عنوان رنگدانه در صنایع رنگ می‌باشد.

همچنین روش سل-ژل نیز به طور عمده و در آزمایشات مختلف با انواع مواد دوپ شونده بکار می‌رود. به عنوان مثال روش سل-ژل برای سنتز نانوذرات Zn_2SiO_4 با استفاده از مواد اولیه تترا اتیل اکسی سیلان (TEOS) و موادی مثل استاتات روی [۱۰]، نیترات [۸]، کلرید [۹] و دی‌اتیل [۱۱] روی توسط محققین انجام شده و همچنین خواص فوتولومینسانس آن مورد بررسی قرار گرفته است. یکی دیگر از کاربردهای این ماده در نمایشگرهای انتشار میدانی به دلیل پایداری شیمیایی و بازده خوب در سیستم‌های خلاء است. سیلیکات‌روی به روش سل-ژل و با انواع پیش‌ماده‌های مختلف قابل تولید می‌باشد [۱۲].

[۱۴] El Ghoul و همکارانش [۱۳] و El Mir و همکارانش [۱۱] سیلیکات‌روی را از استاتات روی و TEOS به روش سل-ژل سنتز نموده و خواص فوتولومینسانس آن را مورد بررسی قرار داده‌اند. با استفاده از یون‌های فلزات نادر و واسطه، سیلیکات‌روی می‌تواند نورهای آبی، سبز و یا قرمز را ساطع کند [۷]. همچنین با استفاده از مواد اولیه‌ای همچون نیترات و استاتات و کلرید فلزات واسطه، این فلزات داخل ساختار کریستالی دوپ شده و خواص فوتولومینسانس ایجاد شده مورد بررسی قرار گرفته است. به عنوان مثال Yang و همکارانش [۱۰] نانوذرات Zn_2SiO_4 خالص و دوپ شده با نیکل را از مواد اولیه TEOS و استاتات روی و نیکل به روش سل-ژل سنتز نموده و تابش فوتولومینسانس سبز، سفید و قرمز را توسط آن مشاهده نمودند. همچنین Lin و همکارانش [۲] با استفاده از نانوذرات اکسید روی و TEOS و استاتات منگنز به روش سل-ژل، سیلیکات‌روی دوپ شده با منگنز را سنتز و خواص آن را مورد بررسی قرار داده‌اند. روش سل-ژل

۳-۲- آنالیز پراش پرتو ایکس

ژل به چند قسمت تقسیم شد. هر قسمت از ژل با سرعت ۵ درجه سانتیگراد بر دقيقه در کوره به ترتیب تا دماهای ۲۰۰، ۳۵۰، ۵۰۰، ۶۰۰، ۷۰۰، ۸۰۰ و ۹۰۰ درجه حرارت داده شده و سپس در این دماها به مدت ۳ ساعت نگه داشته و بعد در کوره تا دمای محیط سرد شدند. آنالیز در دماهای بالاتر به خاطر تشکیل فاز شیشه‌ای و اتصال ذرات پودر انجام نشد. آنالیز XRD بر روی پودرهای بهدهست آمده از ژل‌های خشک شده به منظور تعیین ساختارهای بهدهست آمده و تغییرات فازی انجام شد.

اندازه متوسط دانه‌ها و کرنش موجود در شبکه کریستالی ذرات پودر را می‌توان با تکنیک پهن شدن پیک‌های اشعه ایکس بدست آورد. از این رو تعیین اندازه دانه‌ها بر اساس رابطه شر (رابطه ۱) بهدهست آمد.

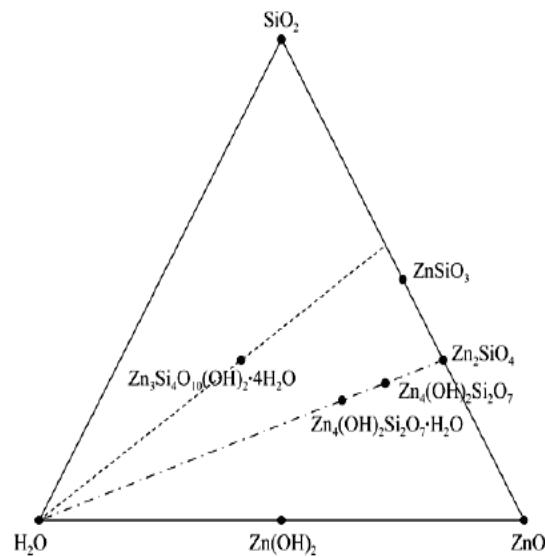
$$d = \frac{0.9\lambda}{b \cos \theta} \quad (1)$$

در این رابطه b پهنای بلندترین پیک در نیمه ارتفاع آن بر حسب رادیان، λ طول موج پراش پرتو ایکس بر حسب nm، d قطر متوسط دانه‌ها بر حسب nm و θ زاویه تفرق بلندترین پیک بر حسب رادیان می‌باشد. این رابطه هنگامی قابل استفاده است که اندازه دانه‌های کریستالی کمتر از $0.1 \mu\text{m}$ (1000 \AA) باشد [۱۵].

۴-۲- آنالیز اسپکتروسکوپی ماوراء بنفس

برای بررسی خواص فوتوكاتالیستی Zn_2SiO_4 از آزمون UV-Visible استفاده شد. برای این منظور یک لام شیشه‌ای به روش غوطه‌وری در سل تهیه شده لایه‌نشانی شده و در دمای ۱۰۰ درجه سانتیگراد کلسینه شد. سپس این لام در محلول اتیلن آبی (Ethylene blue) تحت تابش UV در اتاق UV قرار داده شد.

این محلول در مقابله تابش UV و در اثر خواص فوتوكاتالیستی تجزیه شده و رنگ آبی آن کمرنگ‌تر می‌شود. در زمان‌های مختلف میزان جذب نور توسط مایع اتیلن آبی که نمادی از میزان تجزیه آن است، توسط دستگاه اسپکتروسکوپی اندازه‌گیری شد. سپس میزان



شکل ۲: دیاگرام سه‌تائی $\text{ZnO}-\text{SiO}_2-\text{H}_2\text{O}$

۲- فعالیت‌های تجربی

۲-۱- مواد اولیه و روش تهیه سل

مواد اولیه نیترات روی شش آبه ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) از شرکت Applichem آلمان، تترا اتیل اکسی سیلان (TEOS) و اتانول خریداری شده از شرکت Merck آلمان در این آزمایش مورد استفاده قرار گرفت. در ابتدا ۲۰ cc TEOS ۲۰ cc آب اسیدی ($\text{pH}=1/7$) و یکدیگر جهت تشکیل سل SiO_2 در دمای ۵۵ درجه سانتیگراد در یک حمام آب بوسیله همزن مکانیکی مخلوط شدند. از طرف دیگر میزان ۱۵ گرم نیترات هیدراته روی با ۲۰ cc اتانول در داخل یک بشر جهت تشکیل سل ZnO التراسونیک شدند. این دو سل ۳۰ دقیقه جهت تشکیل سل پایدار هم زده شدند و سپس با یکدیگر مخلوط شده و هم زدن ۳۰ دقیقه دیگر ادامه پیدا کرده و سل نهایی در دمای محیط بعد از ۲ روز تبدیل به ژل شد.

۲-۲- آنالیز حرارتی ژل

به منظور تعیین تغییرات استحالة‌ها در حین گرمایش، آنالیز حرارتی افتراقی DTA بر روی قسمتی از ژل حاصل، در اتمسفر هوا و با سرعت ۱۰ درجه سانتیگراد بر دقيقه از دمای محیط تا دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد انجام شد.

در این واکنش‌ها R گروه آلکیل یا گروه اتیل می‌باشد [۱۶]. پس از هیدرولیز، طبق واکنش‌های ۴ و ۵ هیدروکسیدهای تشکیل شده کندانس شده و ذرات سل یا ماکرومولکول‌های حاوی دو عنصر سیلیسیم و روی را تشکیل می‌دهند.



که در آن‌ها n و m به ترتیب ظرفیت دو عنصر M_1 و M_2 هستند و این دو عنصر در این آزمایش سیلیسیم و روی هستند. بنابراین با پیشرفت واکنش ترکیبات تشکیل شده به صورت $Zn_{2-x}Si_{2-x}O_4$ که در آن x مقداری بین صفر و یک است و همچنین ترکیبات آلی پیچیده حاوی این دو عنصر می‌باشد [۱۶].

۲-۳ نتایج آنالیز پراش پرتو ایکس

برای مشخص شدن فازهای تشکیل شده در حین حرارت‌دهی ژل، آنالیز XRD بر روی نمونه‌های کلسینه شده در دماهای مختلف انجام شد. آنالیز XRD بر روی ژل‌های کلسینه شده در دماهای مختلف، نشان دهنده واکنش‌های انجام شده در حین حرارت‌دهی ژل ZnO/SiO₂ و فازهای تشکیل شده می‌باشد.

شکل ۲ نتایج XRD نمونه‌های کلسینه شده در دماهای ۳۵۰، ۳۵۰، ۵۰۰، ۶۰۰، ۷۰۰، ۸۰۰ و ۹۰۰ درجه سانتیگراد را نشان می‌دهد. در آنالیز XRD ژل کلسینه شده در دماهای ۳۵۰ تا ۷۰۰ درجه سانتیگراد هیچ پیک فاز کریستالی نشان داده نشده است. عدم پیک، عدم حضور فازهای کریستالی از جمله $Zn(OH)_2$ و یا $Si(OH)_4$ را نشان می‌دهد. با مروری اجمالی بر واکنش‌های هیدرولیز و کندانسیون در منابع مختلف، انتظار می‌رود که فازهای کریستالی مثل ZnO ، SiO_2 و $Si(OH)_4$ در آنالیز XRD حضور داشته باشد.

جذب نور توسط مایع بر حسب زمان برای این ماده به عنوان معیاری از خاصیت فوتوكاتالیستی ترسیم شد.

۲-۵-۲ تعیین مورفولوژی ذرات ژل و محصول
مورفولوژی پودر قبل و بعد از کریستاله شدن توسط مشاهدات میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مورد بررسی قرار گرفت.

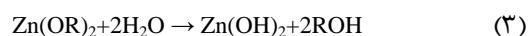
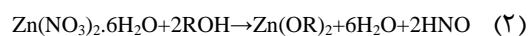
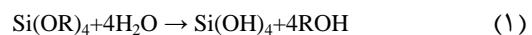
۳- نتایج و بحث

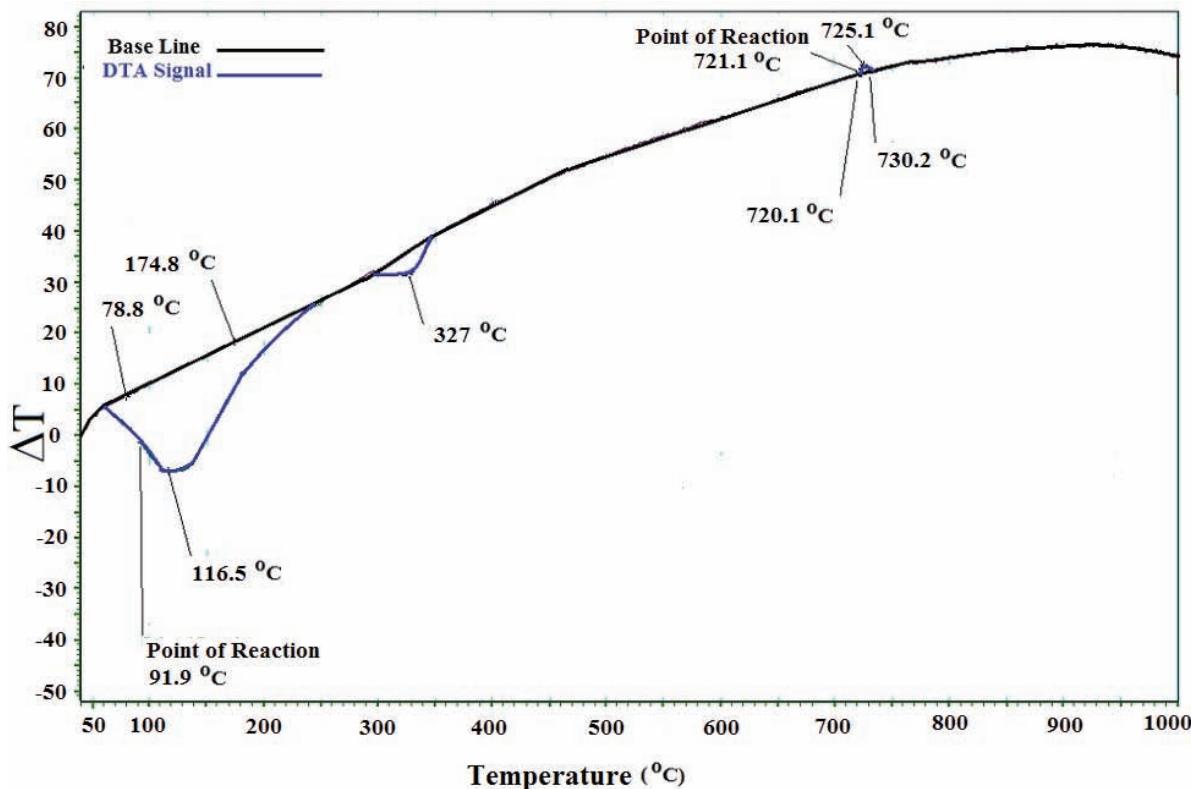
۳-۱-۳ بررسی آنالیز حرارتی ژل

نتایج آنالیز حرارتی افتراقی (DTA) نمونه ژل ZnO/SiO_2 در شکل ۳ آمده است. در نمودار DTA ژل ZnO/SiO_2 سه پیک در محدوده‌های ۷۰ تا ۳۰۰، ۲۵۰ تا ۳۵۰ و دیگری در ۷۰۰ تا ۷۵۰ درجه سانتیگراد مشاهده می‌شود. پیک گرماییر در محدوده ۷۰ تا ۲۵۰ درجه سانتیگراد احتمالاً مربوط به تبخیر حلال و تجزیه فازهای آلی موجود در ژل می‌باشد. پیک گرماییر دوم نیز احتمالاً مربوط به تجزیه برخی فازهای آلی می‌باشد که در زیر دمای ۳۵۰ درجه سانتیگراد تجزیه می‌شوند.

اما در دمای بین ۷۰۰ تا ۷۵۰ درجه سانتیگراد یک پیک گرماییر مشاهده می‌شود که نشان دهنده انجام یک واکنش شیمیایی و تولید یک فاز می‌باشد. در اثر حرارت دادن این ترکیبات تجزیه شده و فاز آمورف از آن‌ها تشکیل می‌شود که بعداً با کریستاله شدن ترکیب Zn_2SiO_4 را تشکیل می‌دهد.

در این فرآیند ابتدا تترا اتیل اکسی سیلان طبق واکنش ۱ و از طرف دیگر نیترات روی نیز طبق واکنش‌های ۲ و ۳ هیدرولیز می‌شوند.





شکل ۳: آنالیز حرارتی افتراقی (DTA) ژل ZnO/SiO_2 .

است. در شکل ۴ نیز همان‌طور که دیده می‌شود فاز آمورف تشکیل شده در دمای ۳۲۵ درجه سانتیگراد در دمای ۵۰ درجه سانتیگراد نیز وجود دارد. همچنین تا دمای ۷۰۰ درجه سانتیگراد همچنان فاز کریستالی وجود نداشته و ساختار آمورف می‌باشد.

همچنین با افزایش دما از ۹۰۰ تا ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد در آنالیز DTA هم واکنشی اتفاق نیفتاده است. البته فرآیند تشکیل سیلیکات روى در حالت جامد و برای پودر با اندازه میکرونی حداقل در دمای ۱۲۵۰ درجه سانتیگراد انجام می‌گيرد [۳]، ولی به دليل اندازه ريز ذرات و اثرات سطح ويژه در حالت نانو که باعث افزایش ضریب نفوذ نسبت به حالت بالک می‌شود، واکنش تشکیل سیلیکات روی در دماهای پایین‌تر انجام می‌گيرد [۱۷].

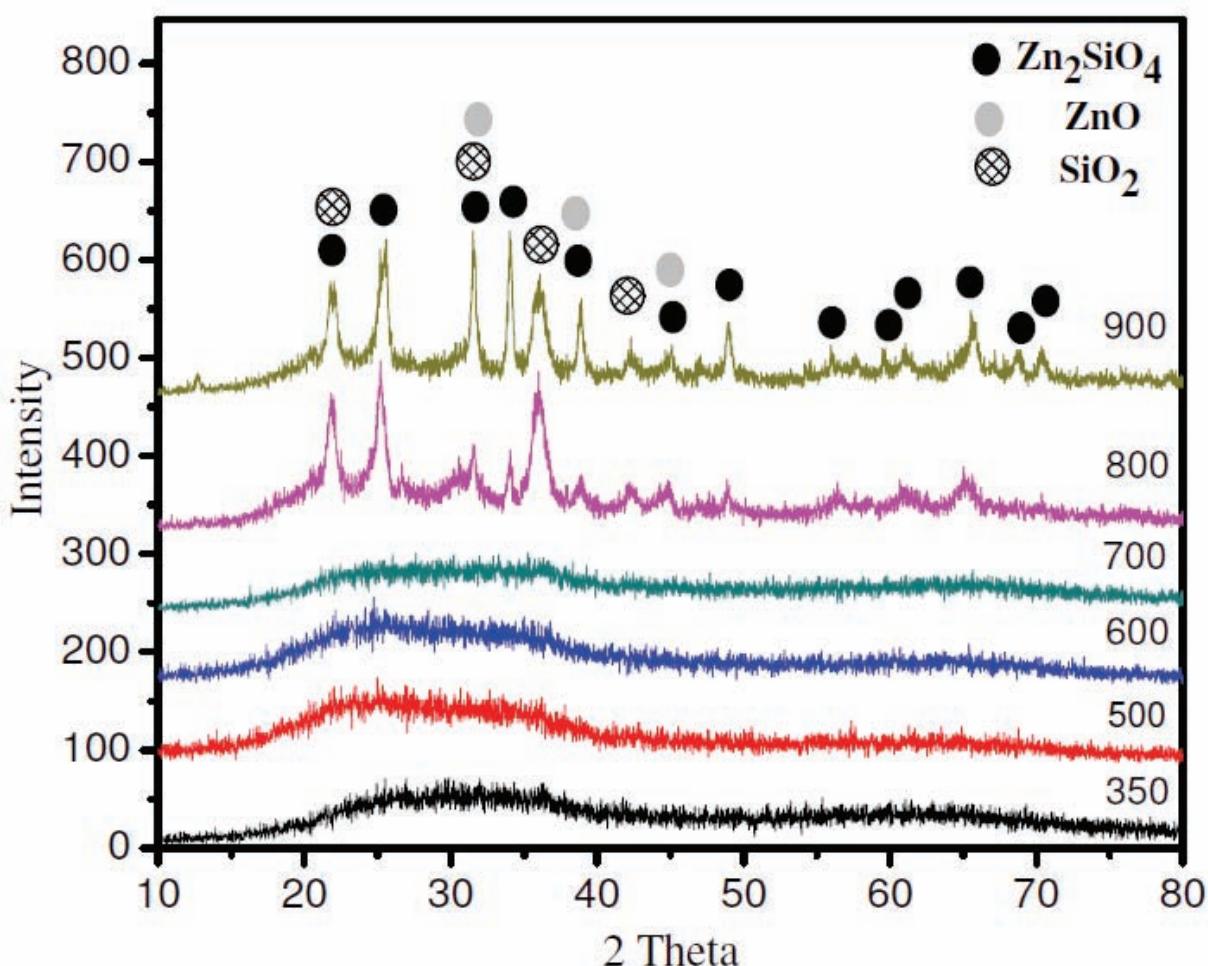
همچنین آنالیز XRD از نمونه در دمای ۹۰۰ درجه سانتیگراد افزایش تشکیل Zn_2SiO_4 و کاهش مقدار فازهای ZnO و SiO_2 را نشان داده است. بنابراین در دمای ۹۰۰ درجه سانتیگراد فاز Zn_2SiO_4 با خلوص بالا به دست آمده است.

این در حالی است که در حقیقت بررسی‌های انجام شده در این منابع فقط در مورد تشکیل باندهای Si-O-Si و Zn-OH و Si-OH و باندهای دیگر بحث شده است و حضور این باندها و تشکیل آن‌ها در حین این واکنش‌ها الزاماً نشان دهنده تشکیل ترکیبات سرامیکی بالا نیست. تشکیل فازهای سرامیکی با نظم پردازمه همان‌طور که در ساختارهای سرامیکی وجود دارد در حین واکنش‌های هیدرولیز و کندانسیون امکان‌پذیر نیست.

همان‌طور که در نمودار DTA مربوط به ژل ZnO/SiO_2 (شکل ۳) مشاهده می‌شود، در دمای ۳۲۷ درجه سانتیگراد یک واکنش گرماگیر انجام می‌شود و نمودار XRD ژل کلسینه شده تا دمای ۳۵۰ درجه سانتیگراد هم نشان‌دهنده ساختار آمورف می‌باشد.

بنابراین با توجه به منحنی XRD و آنالیز DTA، واکنش گرماگیر موجود در واکنش تجزیه بقیه فازهای آلی موجود در ژل و تشکیل ساختار آمورف می‌باشد.

همان‌طور که آنالیزهای DTA و XRD نشان می‌دهند، از دمای ۳۵۰ تا ۷۰۰ درجه سانتیگراد واکنشی اتفاق نیفتاده



شکل ۴: نتایج XRD مربوط به نمونه‌های کلسینه شده به ترتیب در دماهای ۳۵۰، ۵۰۰، ۶۰۰، ۷۰۰، ۸۰۰ و ۹۰۰ درجه سانتیگراد.

از لایه نشانده شده از جنس Zn_2SiO_4 را داریم. به معنای دیگر جذب نور زیاد آبی در ابتدا زیاد می‌باشد. همچنین با گذشت زمان میزان جذب کاهش می‌یابد و در زمان ۱۰۰ دقیقه به ۶۶ درصد مقدار اویله می‌رسد. علاوه بر این سرعت کاهش جذب نور کم است.

۴-۳ - نتایج میکروسکوپ الکترونی روبشی

در شکل ۶ مورفولوژی پودر قبل و بعد از کریستاله شدن نشان داده شده است. همانطور که مشاهده می‌شود اندازه ذرات پودر قبل و بعد از کریستاله شدن تفاوت زیادی با یکدیگر ندارد.

علاوه بر این به روش شرر اندازه دانه‌های فاز Zn_2SiO_4 به دست آمد، که در دمای ۸۰۰ و ۹۰۰ درجه سانتیگراد به ترتیب اندازه دانه‌های ۱۳ و ۲۷ نانومتر را نشان داده است. از این رو با افزایش دما افزایش اندازه دانه‌ها را در محصول نهایی داشته‌ایم، البته اندازه دانه‌های نهایی در مقیاس نانومتر باقی مانده‌اند.

۳-۳ - نتایج بررسی خواص فوتوكاتالیستی

نتایج آزمون اسپکتروسکوپی معاوراه بنفس برای بررسی خواص فوتوكاتالیستی در نمودار شکل ۵ ترسیم شده است. همانطور که مشاهده می‌شود خواص فوتوكاتالیستی بالایی

درجه سانتیگراد برای نانو ذرات روی و سیلیس مخلوط شده [۷,۸] انجام شده و نشان دهنده این موضوع است که ماکرومولکول‌های حاوی دو عنصر روی و سیلیسیم در هنگام تشکیل دو سل با یکدیگر امتزاج پیدا نموده و ذرات دیده شده در حالت آمورف حاوی هر دو عنصر می‌باشد.

۴- نتیجه‌گیری

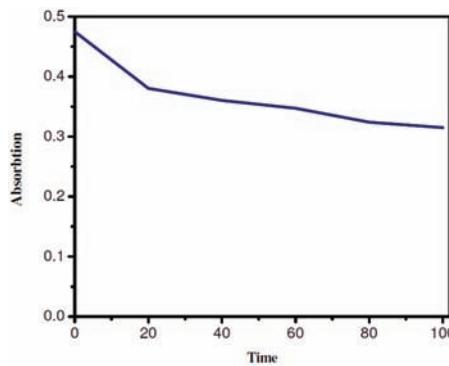
نانو ذرات سیلیکات روی با روش سل-ژل از پیش‌ماده‌های تترا اتیل اکسی سیلان و نیترات روی قابل تولید می‌باشد. بعد از کلسینه کردن مواد اولیه در دمای ۷۲۳ درجه سانتیگراد ساختار کریستالی سیلیکات روی سنتز شده و اندازه دانه‌ها و ذرات در محدوده نانومتر می‌باشد. همچنین در این روش نسبت به روش‌های حالت جامد دمای رسیدن به محصول کمتر است. در طی فرآیند سنتز در دماهای پایین، واکنش‌های گرم‌گیر تبخیر حلal و تجزیه فازهای آلی و در دمای بالا، تشکیل فاز Zn_2SiO_4 اتفاق افتاد. همچنین لایه نشانده شده از این جنس بر روی لام‌شیشه‌ای دارای خواص فتوکاتالیستی بالایی می‌باشد.

سپاسگزاری

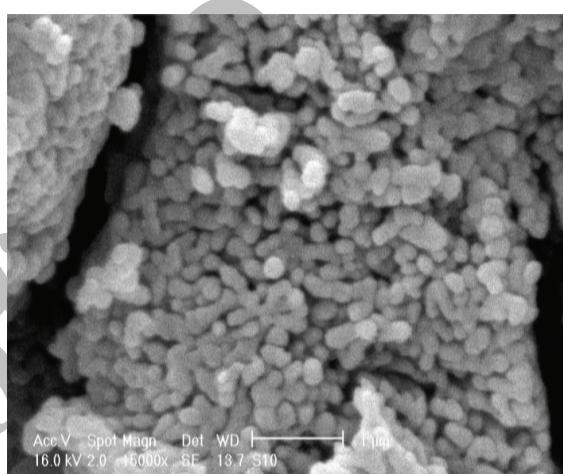
وظیفه خود می‌دانیم از راهنمایی‌های ارزنده اساتید دانشگاه تربیت مدرس در راستای ویرایش مقاله، و مسئولین و کارشناسان محترم آزمایشگاه‌های دانشگاه تربیت مدرس و تمام افرادی که ما را در انجام این تحقیق یاری نمودند تشکر و قدردانی نماییم.

مراجع

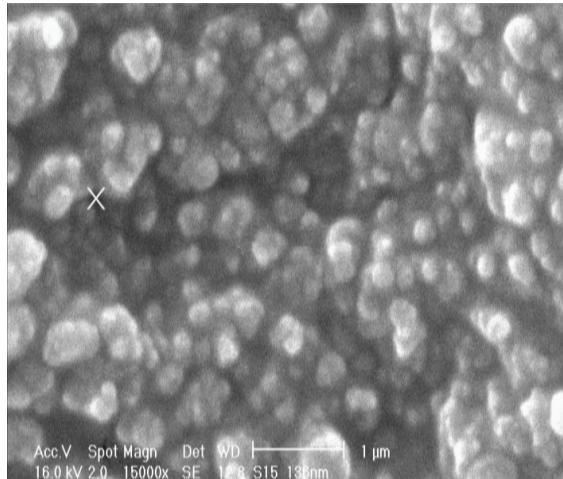
- [1] P. Yang, M.K. Lu, C.F. Song, S.W. Liu, D.R. Yuan, D. Xu, F. Gu, D.X. Cao, D.H. Chen, *Inorganic Chemistry Communications*, **5**, 2002, 482.
- [2] J. Lin, D.U. Sanger, M. Mennig, K. Barner, *Materials Science and Engineering B*, **64**, 1999, 73.
- [3] M. Takesue, H. Hayashi, R.L. Smith, *Journal of Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials*, **55**, 2009, 98.
- [4] Z. Ji, L. Kun, S.Y. Ye, *Journal of Crystal Growth*, **255**, 2003, 353.
- [5] T. Ohtake, K. Ohkawa, N. Sonoyama, T. Sakata, *Journal of Alloys and Compounds*, **421**, 2006, 163.
- [6] K.S. Sohn, B. Cho, H.D. Park, Y.G. Choi, K.H. Kim, *Journal of the European Ceramic Society*, **20**, 2000, 1043.



شکل ۵: نمودار جذب UV با گذشت زمان از نمونه Zn_2SiO_4



(الف)



(ب)

شکل ۶: تصویر میکروسکوپ الکترونی نمونه پودر (الف) در حالت آمورف و (ب) بعد از کریستالیزه شدن در دمای ۹۰۰ درجه سانتیگراد.

نبودن تفاوت بین اندازه ذرات پودر قبل و بعد از کریستاله شدن فاز Zn_2SiO_4 و اینکه این استحالة نفوذی در دمای ۱۱۷۲ بسیار پایین‌تر از دمای تشکیل آن در حالت جامد

- [14] L. El Mir, A. Amlouk, C. Barthoub, *Physica B*, **388**, 2007, 412.
- [15] B.D. Cullity, "Elements of X-ray diffraction", second edition, edited by Morris Cohen, Addison- Wesley, publishing, San Diego, 1977.
- [۱۶] عبدالرضا سیمچی، "آشنایی با نانوذرات (خواص، روش‌های تولید و کاربرد)"، موسسه انتشارات علمی دانشگاه صنعتی شریف، چاپ اول، ۱۳۸۷، ص ۸۲-۸۱
- [۱۷] فتح‌الله کریم‌زاده، احسان قاسمعلی، سامان سالمی‌زاده، "نانومواد (خواص، تولید و کاربردها)", جهاد دانشگاهی واحد صنعتی اصفهان، چاپ اول، زمستان ۱۳۸۴ ص ۸۳-۷۲
- [7] P. Yang, M.K. Lu, C.F. Song, S.W. Liu, F. Gu, S.F. Wang *Inorganic Chemistry Communications*, **7**, 2004, 268.
- [8] H. Cui, M. Zayat, D. Levy, *Journal of Alloys and Compounds*, **474**, 2009, 292.
- [9] J. Wan, X. Chen, Z. Wang, L. Mu, Y. Qian, *Journal of Crystal Growth*, **280**, 2005, 239.
- [10] C.C. Lin, P. Shen, *Journal of solid state chemistry*, **112**, 1994, 387.
- [11] P. Yang, M.K. Lu, C.F. Song, S.W. Liu, F. Gu, *Inorganic Chemistry Communications*, **7**, 2004, 268.
- [12] J. El Ghoul, C. Barthou, M. Saadoun, L. El Mir, *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, **71**, 2010, 194.
- [13] J. El Ghoul, C. Barthou, M. Saadoun, L. El Mir, *Physica B*, **05**, 2010, 597.

Archive of SID